



中华人民共和国国家标准

GB/T 15063—2020
代替 GB/T 15063—2009



复 合 肥 料

Compound fertilizer

2020-11-19 发布

2021-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 15063—2009《复混肥料(复合肥料)》，与 GB/T 15063—2009 相比，除编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 将标准名称及本标准中提及的“复混肥料(复合肥料)”之处修改为“复合肥料”；
- 增加了硝态氮、中量元素、微量元素指标及测定方法(见表 1、6.4、6.8、6.9)，提高了低浓度产品的粒度要求(见表 1，2009 年版的表 1)；
- 增加了有毒有害物质的限量要求(见 4.3)；
- 修改要素“采样方案”为“取样”(见第 5 章，2009 年版的 6.3 和 6.4)；
- 增加了杜马斯燃烧法测定总氮(见 6.3.1.3)，增加了有效磷的测定方法(见 6.3.2.1)，增加了等离子体发射光谱法测定钾含量(见 6.3.3.3)，增加了自动电位滴定法测定氯离子(见 6.7.2)；
- 修改了出厂检验和型式检验项目要求(见 7.1，2009 年版的 6.1)，修改了检验的最大批量(见 7.2，2009 年版的 6.2)，修改了结果判定条文(见 7.3，2009 年版的 6.5.1~6.5.3)；
- 修改要素“标识”为“标识和质量证明书”(见第 8 章，2009 年版的第 7 章和 6.5.4)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会磷复肥分技术委员会(SAC/TC 105/SC 3)归口。

本标准起草单位：上海化工研究院有限公司、中国—阿拉伯化肥有限公司、金正大生态工程集团股份有限公司、史丹利农业集团股份有限公司、中海石油化学股份有限公司、安徽省司尔特肥业股份有限公司、江苏华昌化工股份有限公司、深圳市芭田生态工程股份有限公司、四川金象赛瑞化工股份有限公司、天脊煤化工集团股份有限公司、湖北鄂中生态工程股份有限公司、辽宁津大肥业有限公司、河南心连心化学工业集团股份有限公司、江西开门子肥业股份有限公司、安徽六国化工股份有限公司。

本标准主要起草人：刘刚、王连军、郑树林、杨一、沈兵、胡波、李霞、何文华、华建青、畅学华、杨超军、杨帆、张庆金、孙荣祥、马健、杨振军、杨成龙、卢栋冬、朱志华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 15063—1994、GB 15063—2001、GB/T 15063—2009。

复 合 肥 料

1 范围

本标准规定了复合肥料的术语和定义、技术要求、取样、试验方法、检验规则、标识和质量证明书、包装、运输和贮存。

本标准适用于复合肥料(包括冠以各种名称的以氮、磷、钾为基础养分的三元或二元固体肥料)。本标准不适用于磷酸一铵、磷酸二铵等复合肥料产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 3597 肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法
- GB/T 6274 肥料和土壤调理剂 术语
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8569 固体化学肥料包装
- GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备
- GB/T 8572—2010 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法
- GB/T 8573 复混肥料中有效磷含量的测定
- GB/T 8574 复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法
- GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
- GB/T 8577 复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法
- GB/T 14540 复混肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定
- GB 18382 肥料标识 内容和要求
- GB/T 19203—2003 复混肥料中钙、镁、硫含量的测定
- GB/T 22923 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法
- GB/T 24890 复混肥料中氯离子含量的测定
- GB/T 24891 复混肥料粒度的测定
- GB/T 34764 肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定 等离子体发射光谱法
- GB 38400 肥料中有毒有害物质的限量要求
- HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液
- NY/T 1116—2014 肥料 硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定
- NY/T 1977—2010 水溶肥料 总氮、磷、钾含量的测定
- NY/T 2540—2014 肥料 钾含量的测定

3 术语和定义

GB/T 6274 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

复合肥料 compound fertilizer

氮、磷、钾三种养分中,至少有两种养分标明量的由化学方法和(或)物理方法制成的肥料。

注: 改写 GB/T 6274—2016,定义 2.2.7.2。

3.2

合并样品 aggregate sample

由检验批的各份样合并成的样品。

注: 为进行统计分析,可将合并的份样等份划分,制成若干供单独缩分和分析用的样品。

[GB/T 6274—2016,定义 2.6.4]

4 技术要求

4.1 外观

粒状、条状或片状产品,无机械杂质。

4.2 技术指标

产品应符合表 1 的技术指标,同时应符合包装容器上的标明值:

表 1 复合肥料的技术指标

项 目		指 标		
		高浓度	中浓度	低浓度
总养分 ^a (N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)/%	≥	40.0	30.0	25.0
水溶性磷占有有效磷百分率 ^b /%	≥	60	50	40
硝态氮 ^c /%	≥	1.5		
水分 ^d (H ₂ O)/%	≤	2.0	2.5	5.0
粒度 ^e (1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm)/%	≥	90		
氯离子 ^f /%	未标“含氯”的产品	≤	3.0	
	标识“含氯(低氯)”的产品	≤	15.0	
	标识“含氯(中氯)”的产品	≤	30.0	
单一中量元素 ^g (以单质计)/%	有效钙	≥	1.0	
	有效镁	≥	1.0	
	总硫	≥	2.0	
单一微量元素 ^h (以单质计)/%	≥	0.02		
<p>^a 组成产品的单一养分含量不应小于 4.0%,且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不应大于 1.5%。</p> <p>^b 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥并在包装容器上注明为“枸溶性磷”时,“水溶性磷占有有效磷百分率”项目不做检验和判定。若为氮、钾二元肥料,“水溶性磷占有有效磷百分率”项目不做检验和判定。</p> <p>^c 包装容器上标明“含硝态氮”时检测本项目。</p> <p>^d 水分以生产企业出厂检验数据为准。</p> <p>^e 特殊形状或更大颗粒(粉状除外)产品的粒度可由供需双方协议确定。</p> <p>^f 氯离子的质量分数大于 30.0%的产品,应在包装容器上标明“含氯(高氯)”;标识“含氯(高氯)”的产品氯离子的质量分数可不作检验和判定。</p> <p>^g 包装容器上标明含钙、镁、硫时检测本项目。</p> <p>^h 包装容器上标明含铜、铁、锰、锌、硼、钼时检测本项目,钼元素的质量分数不高于 0.5%。</p>				

4.3 有毒有害物质的限量要求

包装容器或使用说明中标明适用于种肥同播的产品缩二脲含量应 $\leq 0.8\%$ ，其他有毒有害物质的限量要求执行 GB 38400。

5 取样

5.1 合并样品的采取

5.1.1 袋装产品

5.1.1.1 每批产品总袋数不超过 512 袋时，按表 2 确定取样袋数；每批产品总袋数大于 512 袋时，按式(1) 计算结果确定最少取样袋数，如遇小数，则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

n ——最少取样袋数；

N ——每批产品总袋数。

表 2 最少取样袋数的确定

每批产品总袋数	最少取样袋数	每批产品总袋数	最少取样袋数
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

5.1.1.2 包装规格不大于 50 kg 时，按表 2 或式(1) 计算结果随机抽取一定袋数，用取样器沿每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处，每袋取出不少于 100 g 样品，每批采取总样品量不少于 2 kg。包装规格大于 50 kg 时，按表 2 或式(1) 计算结果，随机抽取一定袋数，用取样器分别从包装袋上开口中心位置垂直向下、向左、向右三个方向插入至袋的 3/4 处取样，每袋取出不少于 300 g 样品，每批产品采取的合并样品量不少于 2 kg。

5.1.2 散装产品

按 GB/T 6679 规定进行。

5.2 样品缩分

将采取的合并样品迅速混匀,用缩分器或四分法将样品缩分至约 1 kg,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥的具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中(生产企业质检部门可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品),密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名,一瓶做产品检验,另一瓶保存两个月,以备查用。

6 试验方法

6.1 一般规定

除外观和粒度外,均做两份试料的平行测定。本标准中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

6.2 外观检验

使用 5.2 中的样品,目测。

6.3 总养分

6.3.1 总氮含量的测定

6.3.1.1 方法一 蒸馏后滴定法(仲裁法)

按 GB/T 8572 进行。

6.3.1.2 方法二 自动分析仪法

按 GB/T 8571 的规定进行试样制备后(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛),按 GB/T 22923 进行测定。

6.3.1.3 方法三 杜马斯燃烧法

按 NY/T 1977—2010 的 3.2 进行。

6.3.2 有效磷含量的测定和水溶性磷占有有效磷百分率的计算

6.3.2.1 方法一 磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)

按附录 A 进行。

6.3.2.2 方法二 磷钼酸喹啉重量法或等离子体发射光谱法

按 GB/T 8573 进行。

6.3.2.3 方法三 自动分析仪法

按 GB/T 8571 的规定进行试样制备后(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛),按 GB/T 22923 进行测定。

6.3.3 钾含量的测定

6.3.3.1 方法一 四苯硼酸钾重量法(仲裁法)

按 GB/T 8574 进行。

6.3.3.2 方法二 自动分析仪法

按 GB/T 8571 的规定进行试样制备后(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛),按 GB/T 22923 进行测定。

6.3.3.3 方法三 等离子体发射光谱法

按 NY/T 2540—2014 的 4.3.2 制备试样溶液,然后按 NY/T 2540—2014 的 5.3 测定。

6.3.4 总养分的计算

总养分为总氮、有效磷和钾含量之和。

6.4 硝态氮含量的测定

6.4.1 方法一 氮试剂重量法(仲裁法)

按 GB/T 8571 的规定进行试样制备后(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛),按 GB/T 3597 进行测定。

6.4.2 方法二 自动分析仪法

按 GB/T 8571 的规定进行试样制备后(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛),按 GB/T 22923 进行测定。

6.4.3 方法三 差减法

按 GB/T 8572—2010 的 6.2.2 和 6.2.1 分别测定总氮和铵态氮含量,二者的差值为硝态氮含量(仅适用于只含铵态氮和硝态氮的产品)。

6.4.4 方法四 紫外分光光度法

按 NY/T 1116—2014 的第 3 章进行(不适用于含有机态氮或其他有机物的产品)。

6.5 水分的测定

6.5.1 方法一 卡尔·费休法(仲裁法)

按 GB/T 8577 进行。

6.5.2 方法二 真空烘箱法

按 GB/T 8576 进行。

6.6 粒度的测定

使用 5.2 中的样品,按 GB/T 24891 进行。

6.7 氯离子含量的测定

6.7.1 方法一 容量法(仲裁法)

按 GB/T 24890 进行。

6.7.2 方法二 自动电位滴定法

按附录 B 进行。

6.8 中量元素含量的测定

6.8.1 有效钙、有效镁含量的测定

6.8.1.1 方法一 容量法(仲裁法)

按附录 C 的 C.5.1 制备试样溶液,然后按 GB/T 19203—2003 的 3.4 测定。

6.8.1.2 方法二 等离子体发射光谱法

按附录 C 进行。

6.8.2 总硫含量的测定

按 GB/T 19203 进行。

6.9 微量元素含量的测定

6.9.1 方法一 等离子体发射光谱法(仲裁法)

按 GB/T 8571 的规定进行试样制备后(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛),按 GB/T 34764 进行。

6.9.2 方法二 原子吸收分光光度法

按 GB/T 14540 进行。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。总养分含量、单一养分含量、水溶磷占有有效磷的百分率(适用时)、硝态氮含量(适用时)、水分、粒度、氯离子含量(适用时)、中量元素含量(适用时)、微量元素含量(适用时)为出厂检验项目。型式检验包括第 4 章的全部项目,在有下列情况之一时进行型式检验:

- 正式生产后,如原材料、工艺有较大改变,可能影响产品质量指标时;
- 正常生产时,定期或积累到一定量后进行,缩二脲每六个月至少检验一次,4.3 中的其他有毒有害物质含量每两年至少检验一次;
- 长期停产后恢复生产时;
- 政府监管部门提出型式检验要求时。

7.2 组批

产品按批检验,以一天或两天的产量为一批,最大批量为 1 500 t。

7.3 结果判定

7.3.1 本标准中产品质量指标合格判定,采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”。

7.3.2 生产企业应按本标准要求进行出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

7.3.3 生产企业进行的出厂检验或型式检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自同批次两倍量的包装容器中采取样品进行检验,重新检验结果中,即使有一项指标不符合本标准要求,判该批产品不合格。

8 标识和质量证明书

8.1 产品中如含硝态氮,应在包装容器上标明“含硝态氮”。

8.2 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础肥料的产品应在包装容器的显著位置标明为“枸溶性磷”。

8.3 氯离子的质量分数大于 3.0% 的产品,应根据 4.2 要求的“氯离子的质量分数”,在包装容器的显著位置用汉字明确标注“含氯(低氯)”“含氯(中氯)”或“含氯(高氯),而不是“氯”“含 Cl”或“Cl”等。标明“含氯”的产品,包装容器上不应有对氯敏感作物的图片,也不应有“硫酸钾(型)”“硝酸钾(型)”“硫基”“硝硫基”等容易导致用户误认为产品不含氯的标识。有“含氯(高氯)”标识的产品应在包装容器上标明“氯含量较高,使用不当会对作物和土壤造成伤害”的警示语。

8.4 含有酰胺态氮(尿素态氮)的产品应在包装容器的显著位置标明以下警示语:“含缩二脲,使用不当会对作物造成伤害”。未标该警示语的产品,检验检测机构可按产品不含酰胺态氮(尿素态氮)来选择总氮含量的测定方法进行检测和判定。

8.5 若加入中量元素和(或)微量元素,可按中量元素和(或)微量元素(均以元素单质计)分别标明各单一元素含量,不应将中量元素和微量元素含量计入总养分。单一中量元素中有效钙、有效镁含量低于 1.0%、总硫含量低于 2.0%、单一微量元素含量低于 0.02% 的不应标注。

8.6 产品外包装容器上应有警示语、使用注意事项等。生产日期或批号、合格证、使用说明等部分产品信息可使用易于识别的二维码或条形码标注。

8.7 若在产品包装上标明本标准要求之外的肥料添加物应在包装容器上标明添加物名称、作用、含量及相应的检测方法标准。

8.8 养分含量的标注应以总物料为基础标注,不得将包装容器内的物料拆分分别标注。

8.9 每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。

8.10 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书,其内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、总养分、配合式或主要养分含量、氯离子含量、缩二脲含量、本标准号和法律法规规定应标注的内容。以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础肥料的产品应注明为“枸溶性磷”,并应注明是否为“硝态氮”“尿素态氮”“有机态氮”。非出厂检验项目标注最近一次型式检验时的检测结果。

8.11 其余按 GB 18382 的规定执行。

9 包装、运输和贮存

9.1 产品用符合 GB/T 8569 规定的材料进行包装,包装规格为 1 000 kg、50 kg、40 kg、25 kg,每袋净含量允许范围分别为 $(1\ 000\pm 10)$ kg、 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) kg,每批产品平均每袋净含量不应低于 1 000 kg、50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg。也可使用供需双方合同约定的其他包装规格。

9.2 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时,应与原物料混合均匀,不应以小包装形式放入包装袋中。

9.3 在符合 GB/T 8569 规定的前提下,宜使用经济实用型包装。

9.4 产品应贮存于阴凉干燥处,在运输过程中应防雨、防潮、防晒、防破裂。

附录 A (规范性附录)

复合肥料中有效磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

A.1 原理

用水研磨或超声提取水溶性磷,用 pH 值在 12.0~12.5 之间的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)碱性溶液加热煮沸提取复合肥料中的有效磷后,提取液用硝酸溶液煮沸 10 min 以上,使试液中的非正磷酸盐完全转化为正磷酸盐。在酸性介质中,采用磷钼酸喹啉重量法测定水溶性磷和有效磷的含量。

A.2 试剂或材料

A.2.1 氢氧化钠溶液:200 g/L。

A.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)碱性溶液:称取乙二胺四乙酸二钠 37.5 g,溶于 1 000 mL 水中,混匀。使用前用氢氧化钠溶液(A.2.1)调节 pH 值至 12.0~12.5。

A.2.3 硝酸溶液:1+1。

A.2.4 喹啉酮试剂。

A.3 仪器设备

A.3.1 通常用实验室仪器。

A.3.2 超声波清洗仪:能控制温度 $(30\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.3 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4 玻璃坩埚式过滤:4 号,30 mL。

A.4 样品

A.4.1 试样制备

按 GB/T 8571 的规定进行(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛)。

A.4.2 试样称量

自 A.4.1 中称取含有 100 mg~180 mg 五氧化二磷的试料,精确至 0.000 2 g。

A.5 试验步骤

A.5.1 水溶性磷的提取

A.5.1.1 提取方法一(加水研磨):按 A.4.2 要求称取试料,置于 75 mL 瓷蒸发皿中,加 25 mL 水研磨,将清液倾注过滤于预先加入 5 mL 硝酸溶液的 250 mL 容量瓶中。继续用水研磨三次,每次用 25 mL 水,然后将水不溶物转移至滤纸上,并用水洗涤水不溶物,待容量瓶中溶液约 200 mL 为止。最后用水稀释至刻度,混匀,即为溶液 A,供测定水溶磷用。

A.5.1.2 提取方法二(超声提取):按 A.4.2 要求称取试料,置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 水,摇动使试料分散均匀,塞紧瓶塞,将容量瓶置于超声波清洗仪中提取 10 min(超声波清洗仪液面应高于容量瓶液面),用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初部分滤液,即为溶液 B,供测定水溶性磷用。

注:仲裁时采用 A.5.1.1 方法提取水溶性磷。

A.5.2 有效磷的提取

按 A.4.2 要求称取试料,置于 400 mL 烧杯中,加入 150 mL EDTA 碱性溶液,盖上表面皿,置于电热板上加热煮沸 15 min,取下冷却至室温,定量转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初部分滤液,即为溶液 C,供测定有效磷用。

A.5.3 水溶性磷的测定

用单标线吸管吸取 25 mL 溶液 A 或溶液 B,移入 400 mL 高型烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL,加玻璃棒搅拌均匀,盖上表面皿,在电热板上加热煮沸至少 10 min,取下,用少量水冲洗表面皿和烧杯内壁,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上煮沸 1 min 或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取下烧杯,冷却至室温。用预先在(180±2)℃电热恒温干燥箱内干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器过滤,先将上层清液滤完,然后用倾泻法洗涤沉淀 1 次~2 次,每次用 25 mL 水,将沉淀移入滤器中,再用水洗涤 5 次~6 次,每次用 25 mL 水,将沉淀连同滤器置于(180±2)℃干燥箱内,待温度达到 180℃后,干燥 45 min,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。

A.5.4 有效磷的测定

用单标线吸管吸取 25 mL 溶液 C,移入 400 mL 高型烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL,加玻璃棒搅拌均匀,盖上表面皿。以下操作按 A.5.3 分析步骤进行。

A.5.5 空白试验

除不加试样外,与试样提取和测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行平行测定。



A.6 试验数据处理

A.6.1 水溶性磷含量(w_1)及有效磷含量(w_2),以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数计,数值以%表示,依次按式(A.1)和式(A.2)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_A \times 25/250} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 32.07}{m_A} \dots\dots\dots (A.1)$$

$$w_2 = \frac{(m_3 - m_4) \times 0.032\ 07}{m_B \times 25/250} \times 100 = \frac{(m_3 - m_4) \times 32.07}{m_B} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- m_1 ——测定水溶性磷时,所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——测定水溶性磷时,空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);
- 0.032 07 ——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数;
- m_A ——测定水溶性磷时,试料质量的数值,单位为克(g);
- 25 ——吸取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 250 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);
- m_3 ——测定有效磷时,所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);
- m_4 ——测定有效磷时,空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_B ——测定有效磷时,试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

A.6.2 水溶性磷占有有效磷的百分率(X),按式(A.3)计算:

$$X = \frac{\tau_1}{\tau_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

计算结果表示到小数点后一位。

A.7 精密度

水溶性磷和有效磷含量平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

水溶性磷和有效磷含量不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。



附 录 B
(规范性附录)

复合肥料中氯离子含量的测定 自动电位滴定法

B.1 原理

用水煮沸提取试料中的氯离子,以银电极为指示电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定试液中的氯离子,以自动电位滴定仪的电位突变确定反应终点,用消耗的硝酸银标准滴定溶液体积计算氯离子含量。



B.2 试剂或材料

B.2.1 硝酸银溶液 $[c(\text{AgNO}_3) = 0.01 \text{ mol/L}]$:称取 1.7 g 硝酸银溶于水中,加水稀释至 1 000 mL,贮存于棕色瓶中。

B.2.2 氯离子标准溶液(1 mg/mL):准确称取 1.648 7 g 经 270 °C~300 °C 烘干 4 h 的基准氯化钠于 100 mL 烧杯中,用少量水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀,贮存于塑料瓶中。

B.3 仪器设备

B.3.1 通常实验室仪器。

B.3.2 自动电位滴定仪,配有银电极。

B.4 样品

按 GB/T 8571 的规定进行(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛)。

B.5 试验步骤

B.5.1 硝酸银溶液的标定

准确吸取 3.0 mL 氯离子标准溶液于滴定杯中,加水至液面没过电极后标定。两次标定值的相对相差应不大于 0.5%。

B.5.2 试样溶液的制备

按表 B.1 对应的称样量范围自 B.4 中称取试样约 1 g~10 g(精确至 0.000 2 g)于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,盖上表面皿,缓慢加热至沸,继续微沸 10 min,取下,冷却至室温,用水转移至 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初的部分滤液。

表 B.1 称样量范围

氯离子含量(w_3)/%	称样量/g
$w_3 < 5$	10~5
$5 \leq w_3 \leq 25$	5~1
$w_3 > 25$	1

B.5.3 测定

准确吸取一定量的滤液于自动电位滴定仪的滴定杯中,加水至液面没过电极,用已标定的硝酸银溶液进行滴定。

B.5.4 空白试验

按仪器说明书测定空白值。

B.6 试验数据处理

氯离子(Cl^-)含量 w_3 ,以其质量分数(%)表示,按式(B.1)计算:

$$w_3 = \frac{(V_1 - V_2)cD_1 \times 0.03545}{m_c} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

V_1 ——测定试样时,消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验时,消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

D_1 ——测定时试样溶液的稀释倍数;

0.03545 ——氯离子的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m_c ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

B.7 精密度

氯离子含量测定的精密度应符合表 B.2 的要求。

表 B.2 氯离子含量测定的精密度

氯离子含量(w_3)/%	平行测定结果的绝对差值/% \leq	不同实验室测定结果的绝对差值/% \leq
$w_3 < 5$	0.20	0.30
$5 \leq w_3 \leq 25$	0.30	0.40
$w_3 > 25$	0.40	0.60

附 录 C
(规范性附录)

复合肥料中有效钙、有效镁含量的测定 等离子体发射光谱法

C.1 原理

用柠檬酸溶液在 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒温振荡或超声提取复合肥料中的有效钙、有效镁,试样溶液中的钙、镁在等离子体发射(ICP)光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与钙、镁原子浓度成正比。

C.2 试剂或材料

C.2.1 柠檬酸溶液(20 g/L):称取柠檬酸 20 g 于 1 000 mL 烧杯中,加水溶解,稀释至 1 000 mL,混匀,贮存于塑料瓶中。

C.2.2 钙标准溶液: $\rho(\text{Ca})=1 \text{ mg/mL}$ 。

C.2.3 镁标准溶液: $\rho(\text{Mg})=1 \text{ mg/mL}$ 。

C.2.4 高纯氩气。

C.3 仪器设备

C.3.1 通常用实验室仪器。

C.3.2 恒温水浴振荡器:能控制温度 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

C.3.3 超声波清洗仪:能控制温度 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

C.3.4 等离子体发射光谱仪。

C.4 样品

按 GB/T 8571 的规定进行(若样品很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛)。

C.5 试验步骤

C.5.1 有效钙、有效镁的提取

C.5.1.1 提取方法一(柠檬酸恒温振荡提取):自 C.4 中称取 1 g~2 g 试料(精确至 0.000 2 g)置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 柠檬酸溶液,摇动使试样分散均匀,塞紧瓶塞,置于 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒温水浴振荡器,恒温振荡提取 1 h,取出,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初部分滤液,即得溶液 D,供测定有效钙、有效镁用。

C.5.1.2 提取方法二(柠檬酸超声提取):自 C.4 中称取 1 g~2 g 试料(精确至 0.000 2 g)置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 柠檬酸溶液,摇动使试样分散均匀,塞紧瓶塞,置于 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ 超声波清洗仪中恒温超声提取 10 min,取出,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初部分滤液,即得溶液 E,供测定有效钙、有效镁用。

C.5.2 工作曲线的绘制

分别吸取钙、镁标准溶液 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此标准系列钙、镁的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、视频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 317.933 nm(钙)、285.213 nm(镁)处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液钙、镁的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

C.5.3 测定

试样溶液 D 或试样溶液 E 直接或适当稀释后,在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得钙、镁的辐射强度,在工作曲线上查出相应钙、镁的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

C.5.4 空白试验

除不加试样外,与试样提取和测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行平行测定。

C.6 试验数据处理

有效钙含量 w_4 、有效镁含量 w_5 ,以钙(Ca)、镁(Mg)的质量分数计,数值以%表示,依次按式(C.1)和式(C.2)计算:

$$w_4 = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times D_2 \times 250}{m_D} \times 10^{-6} \times 100 = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times D_2}{m_D} \times 0.025 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

$$w_5 = \frac{(\rho_3 - \rho_4) \times D_3 \times 250}{m_D} \times 10^{-6} \times 100 = \frac{(\rho_3 - \rho_4) \times D_3}{m_D} \times 0.025 \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

ρ_1 ——由工作曲线查出的试样溶液中钙的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_2 ——由工作曲线查出的空白溶液中钙的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

D_2 ——测定有效钙时,试样溶液的稀释倍数;

250 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m_D ——测定有效钙、有效镁时,试料质量的数值,单位为克(g);

10^{-6} ——将克换算成微克的系数;

ρ_3 ——由工作曲线查出的试样溶液中镁的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_4 ——由工作曲线查出的空白溶液中镁的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

D_3 ——测定有效镁时,试样溶液的稀释倍数。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

C.7 精密度

平行测定结果的相对相差应不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差应不大于 30%。

注:相对相差为两个平行测定结果的绝对差值与两个平行测定结果的平均值之比,以百分数(%)表示。